

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-134930

(P 2 0 0 1 - 1 3 4 9 3 0 A)

(43) 公開日 平成13年5月18日 (2001. 5. 18)

(51) Int. Cl. ⁷

G11B 5/738
5/64

識別記号

F I

G11B 5/738
5/64

テ-マコード (参考)

5D006

審査請求 未請求 請求項の数23 O L (全15頁)

(21) 出願番号 特願平11-316322

(22) 出願日 平成11年11月8日 (1999. 11. 8)

(71) 出願人 000005810

日立マクセル株式会社

大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号

(72) 発明者 桐野 文良

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 稲葉 信幸

大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内

(74) 代理人 100099793

弁理士 川北 喜十郎

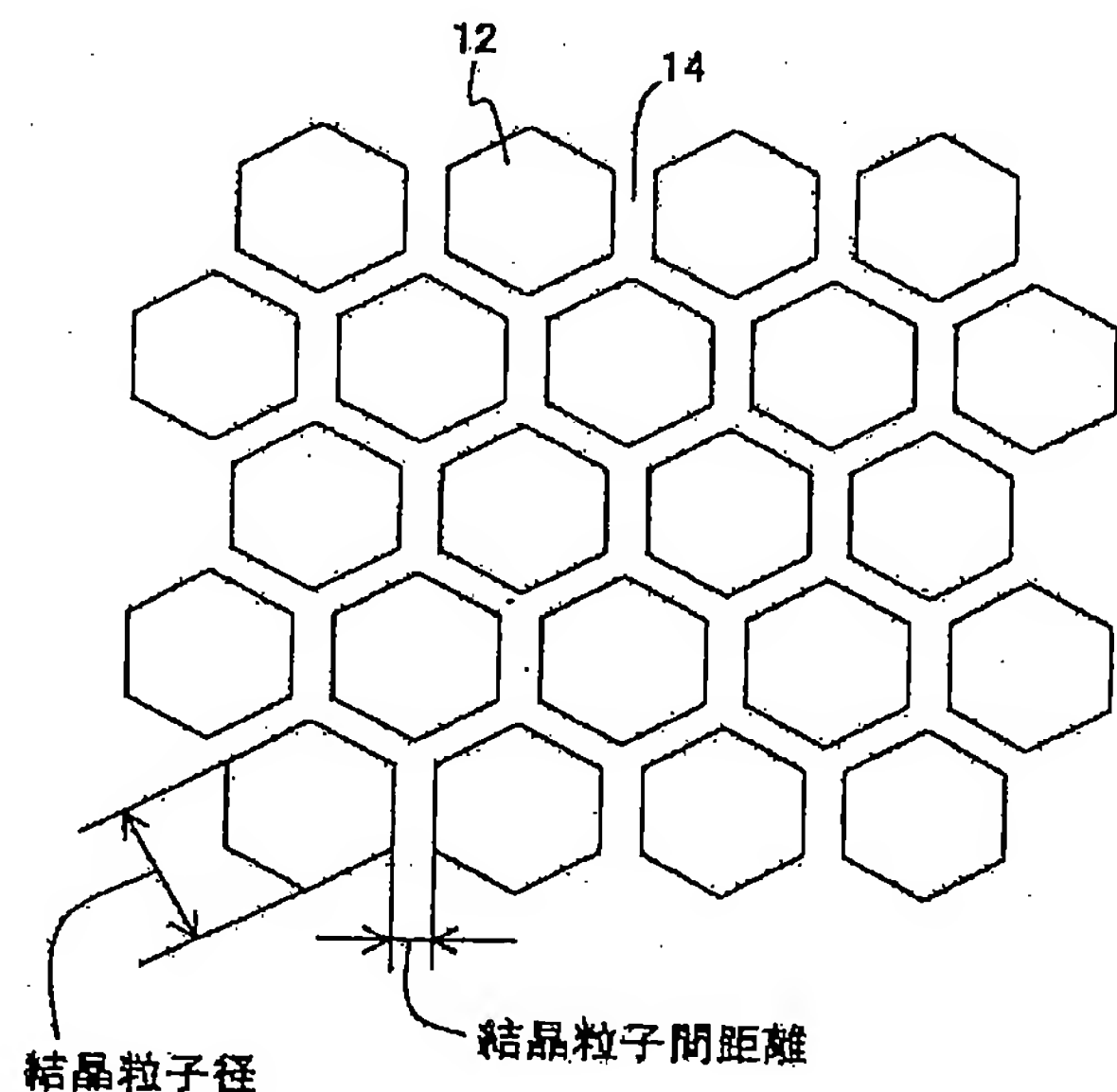
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体、及び磁気記録装置

(57) 【要約】

【課題】 ノイズが小さく高密度記録に適した磁気記録媒体及びその媒体を備える磁気記録装置を提供する。

【解決手段】 本発明の磁気記録媒体は、基板上に下地層、制御層、磁性層、保護層をこの順に備える。下地層はCoO-SiO₂膜から構成され、正六角形の結晶粒子12が均等な幅の結晶粒界部14で隔てられたハニカム構造を有する。制御層は、MgO膜から構成され、下地層と磁性層の結晶格子のずれを調整するために設けられる。この制御層により、磁性層形成では、磁性粒子を結晶粒子12上から、同時に非磁性の境界部を粒界部14から確実にエピタキシャル成長させることができる。これにより、磁性粒子径及びその分布を制御し、磁性粒子間の磁氣的相互作用を減らすことができる。これらの層を持つ磁気記録媒体は、ノイズや熱揺らぎが少なく40Gbits/inch²を超える超高密度記録が可能となる。



12 結晶粒子
14 結晶粒界部

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 磁気記録媒体であって、

剛性を有する基板と；上記基板上に形成された下地層と；上記下地層上に形成された制御層と；上記制御層上に形成され、情報が記録される磁性層と；を備え、
上記下地層が、酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄あるいは酸化ニッケルからなる群より選ばれた少なくとも 1 種類の酸化物から実質的に構成される六角形状の結晶粒子と、該結晶粒子を取り囲む酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化タンタルあるいは酸化亜鉛からなる群より選ばれた少なくとも 1 種類の酸化物を含む結晶粒界面部とから構成され、該結晶粒子が基板面に平行な面内においてハニカム状に配列した構造を有し、
制御層が、酸化マグネシウム、クロム合金、及びニッケル合金からなる群より選ばれた少なくとも 1 種類から構成されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 上記制御層がクロム合金又はニッケル合金であり、該合金が、クロム、チタン、タンタル、バナジウム、ルテニウム、タングステン、モリブデン、ニオブ、ニッケル、ジルコニウム、及びアルミニウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の元素を母元素以外に含むことを特徴とする請求項 1 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 上記制御層が、bcc あるいは B2 構造を有することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】 上記下地層から上記制御層がエピタキシャル成長しており、
上記制御層の構造が上記下地層の結晶構造を反映し、
上記制御層が、上記下地層の結晶粒子に対応した結晶粒子から構成された結晶質部分と、上記下地層の結晶粒界面部に対応する粒界面部とを有することを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】 上記制御層中の結晶粒子が、一定の方向に結晶配向していることを特徴とする請求項 3 または 4 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】 上記下地層の膜厚が 2 nm ～ 50 nm であり、上記制御層の膜厚が 2 nm ～ 10 nm であることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】 上記下地層及び上記制御層が ECR スパッタ法により形成されていることを特徴とする請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 8】 上記下地層中の結晶粒界面部が非晶質であることを特徴とする請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 9】 上記下地層における結晶粒子径分布における標準偏差が平均粒子径の 8 % 以下であることを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 10】 上記下地層中の一つの結晶粒子の周囲を取り囲む結晶粒子の数が平均 5.9 ～ 6.1 個であることを特徴とする請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 11】 上記下地層における結晶粒子間の距離が 0.5 nm ～ 2 nm であることを特徴とする請求項 1 から 10 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 12】 上記下地層の結晶粒子上から、上記制御層の結晶粒子を介して磁性層中の磁性粒子がエピタキシャル成長していることを特徴とする請求項 4 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 13】 上記磁性層が、上記制御層の結晶粒子を介し、上記下地層のそれぞれの結晶粒子に対応して成長した磁性粒子から構成され、隣り合う磁性粒子間に磁氣的相互作用を実質的に遮断する境界部を有することを特徴とする請求項 12 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 14】 上記磁性層の磁性粒子径と上記下地層の結晶粒子径とが実質的に等しいことを特徴とする請求項 12 または 13 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 15】 上記磁性層中の磁性粒子が結晶質であり、コバルトを主体とした合金であることを特徴とする請求項 12 から 14 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 16】 上記合金が、クロム、白金、タンタル、ニオブ、チタン、ケイ素、パラジウム、ホウ素、バナジウム、テルビウム、ガドリニウム、サマリウム、ネオジウム、ジスプロシウム、ホロミウム、及びユーロピウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の元素をコバルトとともに含むことを特徴とする請求項 15 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 17】 上記下地層、上記制御層及び上記磁性層の組み合わせが、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{MgO/Co-Cr-Pt-Ta}$ 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-W}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{MgO/Co-SiO}_2$ グラニューラ型磁性膜、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Ni-Al}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-Ti}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Ni-Ta}$ 合金/ Co-Pt-SiO_2 グラニューラ型磁性膜、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Ni-Ta}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-Ru}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-Ru}$ 合金/ Co-Pt-SiO_2 グラニューラ型磁性膜、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Co-Cr-Zr}$ 合金/ Co-Pt-SiO_2 グラニューラ型磁性膜、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Co-Cr-Zr}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、 $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-Mo}$ 合金/ Co-Cr-Pt-Ta 合金、及び $\text{CoO-SiO}_2/\text{Cr-Mo}$ 合金/ Co-Pt-SiO_2 グラニューラ型磁性膜からなる群より選ばれた少なくとも一つの組み合わせであることを特徴とする請求

項 16 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 18】 上記下地層により、下地層上に上記制御層を介して形成された磁性層の磁性粒子径、粒子径分布、及び結晶配向性の少なくとも一つが制御されていることを特徴とする請求項 15 から 17 に記載の磁気記録媒体。

【請求項 19】 上記下地層の結晶粒子の格子定数及び上記制御層の結晶粒子の格子定数、並びに上記制御層の結晶粒子の格子定数及び上記磁性層の磁性粒子の格子定数の差が、それぞれ±5%以内であることを特徴とする請求項 15 から 18 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 20】 上記制御層により、磁性層の磁気特性を制御していることを特徴とする請求項 1 から 19 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 21】 上記磁性粒子の粒界近傍あるいは粒界に、クロム、タンタル、ニオブ、チタン、ケイ素からなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の元素が存在していることを特徴とする請求項 1 から 20 のいずれか一項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 22】 少なくとも一つの請求項 1 に記載の磁気記録媒体と；上記磁気記録媒体に情報を記録又は再生するための磁気ヘッドと；上記磁気記録媒体を上記磁気ヘッドに対し駆動するための駆動装置と；を含む磁気記録装置。

【請求項 23】 上記磁気記録媒体が複数の磁気ディスクであり、上記駆動装置が上記複数の磁気ディスクを同軸上に支持して回転するための回転軸を備えることを特徴とする請求項 22 に記載の磁気記録装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高密度記録に適した磁気記録媒体及び磁気記録装置に関し、特に、磁性層の極めて微小な領域にビット情報を記録することができる磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年の高度情報化社会の進展にはめざましいものがあり、各種形態の情報を取り扱うマルチメディアが急速に普及してきている。マルチメディアの一つとしてコンピュータ等に装着する磁気記録装置がある。現在、磁気記録装置は、記録密度を向上させつつ小型化する方向に開発が進められている。

【0003】磁気記録装置の高記録密度化を実現するために、(1)磁気記録媒体と磁気ヘッドとの間隔を狭めること、(2)磁気記録媒体の保磁力を増大させること、(3)信号処理を高速化すること、(4)熱揺らぎの小さい磁気記録媒体を開発することなどが要望されている。

【0004】ところで、磁気記録媒体は、基板上に強磁

性の磁性粒子が集合してなる磁性層を有しており、磁気ヘッドによりいくつかの磁性粒子がまとまって同方向に磁化されることによって情報が記録される。それゆえ、保磁力の増大に加え、この磁性層中で一度に同方向に磁化され得る最小面積、即ち磁化反転単位が生じ得る単位面積を小さくする必要がある。磁化反転単位面積を小さくするには、個々の磁性粒子を微細化するか、あるいは磁化反転単位を構成する磁性粒子数を減らすことが必要である。例えば、 40 Gbits/inch^2 ($6.2 \times 10^9\text{ Gbits/cm}^2$) を超える記録密度を実現するためには、磁性粒子径を 10 nm 以下に制御することが必要とされている。また、磁性粒子を微細化する際に、粒子径のばらつきを低減するとともに、熱揺らぎを小さくする対策も必要となってきた。

【0005】磁化反転単位を構成する磁性粒子数を減らすためには、個々の磁性粒子間の磁氣的相互作用を減らす必要がある。このために、従来は結晶粒子間を非磁性物質で磁氣的に遮断することが行われてきた。これらを実現する試みとして、例えば、米国特許第 4,652,499 号に開示されているように、磁性層の下にシード膜を設けることが提案されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の従来技術では、シード膜上に形成した磁性層の結晶粒子径およびその分布は小さくなるものの、 40 Gbits/inch^2 を超える高密度記録を達成するには限界があった。シード膜の材料、成膜条件、構造などを調整しても、高密度記録に用いるには、磁性層の磁性粒子径分布がなおブロードであり、微小な粒子や粗大化した粒子などがかなり混在していた。これらの粒子は、情報を記録する場合（磁化を反転させる場合）に、周囲の磁性粒子からの漏洩磁界の影響である磁氣的相互作用を受けるため、磁化反転単位が磁性粒子 5 から 10 個と比較的大きかった。また、様々な大きさの磁性粒子が混在する結果、熱揺らぎなどが生じて高密度記録は安定して行えなかった。加えて、磁化反転の起きた領域と起きていない領域の境界線は全体としてジグザグのパターンを呈し、このこともノイズ増大の一因であった。

【0007】そこで、本発明の第 1 の目的は、微細化された磁性粒子から構成された磁性層を有する磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0008】本発明の第 2 の目的は、磁性粒子径のばらつきが抑制された磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0009】本発明の第 3 の目的は、磁性粒子の結晶配向性が所望の配向性に制御された磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0010】本発明の第 4 の目的は、磁化反転単位の小

さい磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0011】本発明の第5の目的は、低ノイズ、低熱揺らぎ及び低熱減磁であり、かつ高密度記録に適した磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0012】本発明の第6の目的は、 20 Gbits/inch^2 、望ましくは 40 Gbits/inch^2 を超える面記録密度を有する超高密度磁気記録媒体、及びその磁気記録媒体を装着した磁気記録装置を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明の第1の態様に従えば、磁気記録媒体であって、剛性を有する基板と；上記基板上に形成された下地層と；下地層上に形成された制御層と；制御層上に形成され、情報が記録される磁性層と；を備え、下地層は、酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄及び酸化ニッケルからなる群より選ばれた少なくとも1種類の酸化物から実質的に構成される六角形状の結晶粒子と、該結晶粒子を取り囲む酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化タンタル及び酸化亜鉛からなる群から選ばれた少なくとも1種類の酸化物を含む結晶粒界面部とから構成され、該結晶粒子が基板面に平行な面内においてハニカム状に配列した構造を有し、制御層が、酸化マグネシウム、クロム合金、及びニッケル合金からなる群より選ばれた少なくとも1種類から構成されていることを特徴とする磁気記録媒体が提供される。

【0014】本発明者らは、非磁性層基板と、該基板上に形成され、酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄あるいは酸化ニッケルの内より選ばれた少なくとも1種類からなる結晶質の第1酸化物と、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化タンタルあるいは酸化亜鉛の内より選ばれた少なくとも1種類からなる第2酸化物とを有し、第1酸化物の結晶粒子の粒界に第2酸化物が存在する無機化合物膜と、該無機化合物膜上に形成された磁性膜とを有することを特徴とする磁気記録媒体の特願平11-1667号において開示した。この磁気記録媒体では、無機化合物膜を構成する第1酸化物の結晶粒子がハニカム構造を有している。そして、無機化合物膜上に形成される磁性層の磁性粒子は第1酸化物の結晶粒子からエピタキシャル成長するために、磁性層の磁性粒子もまたハニカム構造を有している。このため、磁性層の結晶粒子を微細化するとともに粒子径を揃えることが可能となり、それにより低ノイズで、熱揺らぎが低減された磁気記録媒体が実現されている。

【0015】しかしながら、本発明者の実験によると、上記磁気記録媒体において、無機化合物膜上に磁性膜を形成するときに、無機化合物膜と磁性膜とを構成する材料の組み合わせによっては、その2層の結晶格子の格子定数がずれているために、磁性膜上に無機化合物膜を良

好にエピタキシャル成長できない場合があった。さらに、無機化合物膜の形成にあたり、結晶粒子とその粒界面部の非晶質物質とは完全に相分離することが困難であり、結晶粒子中に3～5%程度非晶質物質が混在している場合がある。例えば、ハニカム構造を持つ CoO-SiO_2 膜では、 μ -オージェ分析によって結晶粒子の CoO 中に数%の SiO_2 が、一方で非晶質の SiO_2 中に CoO が含まれていることが分かった。それゆえ、無機化合物膜と磁性膜の材料を適当な組み合わせに選択したとしても、このように非晶質物質が結晶粒子中に混入するため、実際に形成した膜の結晶粒子の格子定数は、不純物のない場合の本来の格子定数からずれてくる。その結果として、無機化合物膜の結晶粒子と磁性層の磁性粒子とで十分に格子整合が取れなかった。この結晶格子のずれが、格子定数の差において $\pm 10\%$ 以上の大きさで生じると、無機化合物膜上に形成された磁性層の磁性粒子の保磁力は小さくなり、所望の磁気特性が得られないことが分かった。この結晶格子の不一致がさらに大きくなると、無機化合物膜のハニカム構造は磁性層に反映されずに、磁性層中に磁性粒子が形成されず、全体として多結晶の構造となることも分かった。このように、特願平11-1667号に記載のハニカム構造の無機化合物膜を用いても、高密度記録に適した磁気記録媒体の製造は、容易ではなかった。

【0016】本発明では、無機化合物膜に相当する下地層と磁性層との間に、それらの層の結晶格子のずれを調整するための格子定数制御層を設けることにより、上記の結晶格子の不一致による保磁力の減少及び磁気特性の変化を実質的に抑制することに成功した。下地層と制御層間、及び制御層と磁性層間の結晶格子の不一致を小さくするように、例えば、それぞれの格子定数の差において $\pm 5\%$ 以内になるように材料を選択した制御層を設けることにより、磁性層の磁性粒子は、確実に下地層のハニカム構造を反映してエピタキシャル成長できる。したがって、下地層の結晶粒子径を反映させて磁性層の磁性粒子の粒子径を微細化するとともに、下地層の結晶粒界面部に対応した磁性層の非磁性の境界部で磁性粒子を囲むことができるため、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減できる。このようにして、高密度記録に適した磁気記録媒体を製造できる。

【0017】本発明の磁気記録媒体において、下地層は、酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄あるいは酸化ニッケルからなる群から選ばれる少なくとも1種類の酸化物を結晶粒子として含む。そして、結晶粒子の周囲を取囲む結晶粒界面部は、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化タンタル及び酸化亜鉛からなる群から選ばれる少なくとも1種類の酸化物を含んで構成されている。

【0018】本明細書の「酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄及び酸化ニッケルからなる群より選ばれた少なく

とも 1 種類の酸化物から実質的に構成される六角形状の結晶粒子」において、「実質的に構成される」とは、六角形状の結晶粒子が、酸化コバルト、酸化クロム、酸化鉄及び酸化ニッケルからなる群より選ばれた少なくとも 1 種類の酸化物のみならず、不純物として、例えば、結晶粒界部に含まれる酸化物又はそれを構成する元素を数%程度、概ね 5 % 以下、含んでもよいことを意味する。

【0 0 1 9】下地層は、基板面に平行な面内では、図 2 に示すように、1 つの結晶粒子の形状が正六角形であり、下地層の基板面に垂直な断面ではその結晶粒子が上方に柱状に成長している構造を有する。特に、下地層の成長とともに結晶粒子の柱状の断面は扇状に広がることなく、結晶粒界部の幅が均等な構造を有している。したがって、一つが正六角柱をなす結晶粒子の集合体は、正六角柱が規則的に配列したハニカム構造を形成している。数学的には、近似的ではあるがフラクタル性を有し、群論を用いても表現することができる。下地層において、一つの正六角形の結晶粒子の周囲を平均 5 . 9 ~ 6 . 1 個の粒子が取り囲み得る。

【0 0 2 0】実施例に示したように、下地層中に析出している粒子及びその粒界部は、X 線回折法による解析により、それぞれ、結晶質及び非晶質であることがわかった。その結晶粒子径分布の標準偏差 σ は平均粒子径の 8 % 以下であり、しかも、粒子径分布が正規分布であるなどその構造の規則性は非常に高い。また、下地層中の結晶粒子は、強い結晶配向を持っている。それゆえ、このような構造の下地層上に磁性層を形成させることにより、後述するように、ハニカム構造の結晶粒子部分から、例えば、強磁性で且つ結晶配向した磁性粒子を成長させることが可能となり、一方、ハニカム構造の結晶粒界部からは非磁性の境界部分を成長させることが可能となる。

【0 0 2 1】本発明の磁気記録媒体における制御層には、酸化マグネシウム、クロム合金あるいはニッケル合金からなる群より選ばれる少なくとも 1 種類を用いることが好ましい。ここで、クロム合金あるいはニッケル合金としては、母元素であるクロムあるいはニッケル以外に、クロム、チタン、タンタル、バナジウム、ルテニウム、タングステン、モリブデン、ニオブ、ニッケル、ジルコニウム、及びアルミニウムからなる群より選ばれる少なくとも 1 種類の元素を含む材料を用いることが好ましい。

【0 0 2 2】この制御層は、b c c 構造あるいは B 2 構造が最も好ましい。この構造は、磁気記録媒体で 사용되는磁性層の結晶構造と近似しているために、制御層と磁性層との間での格子整合が達成され、磁性層を制御層から容易にエピタキシャル成長させることができる。同時に制御層の結晶格子の格子定数が下地層及び磁性層の中間程度になるよう、下地層及び磁性層の組成を考慮して、制御層の組成を適宜選択することが好ましい。こ

することで、下地層と磁性層の結晶格子が異なっているも、制御層によりその相違を緩和することができる。

【0 0 2 3】制御層形成においては、下地層から制御層をエピタキシャル成長させることが好ましい。制御層は、下地層の結晶粒子部分から結晶質部分がエピタキシャル成長し、非晶質である下地層の結晶粒界部からは結晶粒子部分とは異なる結晶構造又は多結晶が成長する。さらに、連続して磁性層を制御層から成長させると、制御層の構造及び組成を適宜選択することにより、制御層と磁性層との格子のずれを小さくできるため、エピタキシャルな結晶成長が促進され、これによって磁性層の成長を促進する効果がある。このようにして形成した磁性層の構造は、下地層のハニカム構造を反映しており、磁性層の磁性粒子径及び粒子径分布は下地層の結晶粒子径及び粒子径分布と、実質的に等しくできる。また、この制御層には、基板と磁性層との接着力を向上させるという効果もある。

【0 0 2 4】上述のように下地層は、下地層の基板面に平行な面内では、1 つの結晶粒子の形状が正六角形であり、下地層の基板面に垂直な面ではその結晶粒子が上方に柱状に成長しているハニカム構造を有する。この下地層の上に形成した磁性層は、この下地層の構造を反映して同様のハニカム構造を有している。さらに、下地層中の結晶粒子上から、制御層の結晶粒子を介し、磁性層中の磁性粒子が連続してエピタキシャル成長している。従って、下地層のハニカム構造を適宜調整することにより、制御層を介してその上に形成する磁性層では、所望の粒子径及び結晶配向性の磁性粒子を成長させることが可能となる。

【0 0 2 5】すなわち、下地層は、制御層を介してその上に形成する磁性層の磁性粒子径、粒子径分布、及び配向性の制御を行い、さらには均一な幅の結晶粒界部から非磁性の境界部を成長させることにより、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減する働きをする。一方で、制御層は、下地層の結晶粒子及び磁性層の磁性粒子との格子整合を確保することで、確実に下地層のハニカム構造を磁性層に反映させてエピタキシャル成長を促し、磁性層の保磁力の低下及び磁気特性の変化を防ぐ効果がある。

【0 0 2 6】下地層及び制御層の形成は、マイクロ波による共鳴放電を利用する E C R (Electron Cyclotron Resonance) スパッタ法により行うことが好ましい。このスパッタ法は、バイアス電圧のかけ方により、ターゲット粒子の運動エネルギーを揃えることができ、かつそのエネルギーをより精密に制御できる。特に、E C R スパッタ法を用いて下地層を形成をすることにより、特に複雑なスパッタ条件を必要とせず、所望の結晶配向及び良好なハニカム構造の膜が得られる。

【0 0 2 7】下地層の膜厚は 2 nm ~ 5 0 nm が好ましい。下地層の膜厚が 2 nm 未満であると磁性層の磁性粒子が良好なエピタキシャル成長をしにくくなり、5 0 n

mを超えると下地層の厚さを増し成膜に時間がかかる。制御層の膜厚は2 nm～10 nmが好ましい。制御層の膜厚が2 nm未満であると良好な結晶構造を有する膜が得られず、10 nmを超えると全体の厚さが増し成膜に時間がかかる。そこで、この2層を磁気記録媒体用の磁性層形成の下地に用いることを考慮すると、この2層の膜厚は5 nm～100 nmであることが最も好ましい。

【0028】また、結晶粒子の間隔（結晶粒界部の幅）は、結晶粒界部に対応させて形成した磁性粒子の境界部により、磁性粒子間の磁気的な相互作用を十分に低減し、磁性層を適正なかさ密度に調整し、さらに記録密度を高めるために、0.5 nm～2 nmが望ましい。この距離は、下地層形成の際に、結晶質粒子として析出させる酸化物とその結晶粒界部に存在させる非晶質物質との比を変化させることにより制御できる。

【0029】磁性層において、磁性粒子は下地層のハニカム構造の結晶粒子から成長させることができ、一方、下地層のハニカム構造の粒界部からは非磁性の境界部を成長させることができるため、磁性粒子が互いに磁気的に分離された構造をもたらすことができる。これにより、記録及び再生の際の磁化反転単位を、例えば、磁性粒子2～3個に低減することができ、超高密度記録が可能となる。また、磁性層における隣接する記録磁区の境界部がジグザグパターンになることを防止して、ノイズを低減することができる。

【0030】従来、磁性粒子間の磁気的な相互作用を低減するには、非磁性元素を結晶粒子中の結晶粒界近傍に偏析させていた。しかしながら、本発明では、下地層の正六角形の結晶粒子を取り囲む粒界部に対応させて磁性層中に非磁性の部分を成長させることによって磁性粒子間の時期的相互作用を低減している。この場合、下地層の結晶粒子間の距離が0.5 nm～2 nmになるように制御し、この構造を反映させて磁性層をエピタキシャル成長させることにより、そのような間隔の非磁性の部分を磁性層にもたらしすることができる。エピタキシャル成長した磁性粒子部分は強磁性であり、高密度記録に適した結晶配向を有する。一方で、その磁性粒子を取り囲む粒界部は非晶質又は結晶質であってもランダム配向になるため、非磁性又は磁性粒子部分とは異なる磁性を示し、磁性粒子同士を磁気的に独立させることができる。これにより、磁気記録媒体の磁区のサイズを磁性粒子サイズにまで微細化することが可能となる。また、磁性粒子径が微細化し、10 nm程度になると、偏析構造をとった場合には実質的な磁性粒子径がより小さくなり、これが熱揺らぎ増大の一因となっていた。下地層の結晶粒界部を反映させて磁性粒子の境界部を設けることにより、10 nmの実質的な磁性粒子径を確保することができ、熱揺らぎを減少させることができる。

【0031】下地層及び制御層の結晶構造、並びに、制御層及び磁性層の結晶構造がそれぞれ類似していること

が好ましい。すなわち、下地層及び制御層における結晶粒子の結晶形と磁性層の結晶形（結晶構造、結晶形状、結晶サイズなど）がどれも実質的に等しく、かつ、下地層及び制御層、並びに、制御層及び磁性層、それぞれの格子定数の差が、±5%以内であることが好ましい。これにより、下地層のハニカム構造を反映させて、下地層の結晶粒子上から制御層中の結晶粒子を介して磁性層の磁性粒子を良好にエピタキシャル成長させることができる。したがって、本発明では下地層と制御層との間の格子定数の差が±10%以上あったとしても、下地層と磁性層との間に、格子面を調整するための層を複数設けることによって、その差を緩和しつつ、磁性層で均一且つ微細な磁性粒子のエピタキシャル成長を行わせることができる。なお、制御層は、単層のみならず複数層設けて、下地層と磁性層との間の格子定数の差を各層の境界で分散させることもできる。

【0032】上記磁性粒子は、コバルトを主体とした合金が好ましい。コバルト合金として、例えば、コバルトを主体とし、これにクロム、白金、タンタル、ニオブ、チタン、ケイ素、パラジウム、ホウ素、バナジウム、テルビウム、ガドリニウム、サマリウム、ネオジウム、ジスプロシウム、ホロミウム、及びユーロピウムからなる群から選ばれる少なくとも2種類の元素を含む合金であり、結晶質から構成され得る。また、磁性粒子の境界部は、クロム、タンタル、ニオブ、チタン、ケイ素からなる群から選ばれる少なくとも1種類の元素を含み且つ多結晶質から構成され得る。

【0033】磁性層として、結晶質相と非晶質相の二相から構成されるグラニューラ構造の磁性膜を用いてもよく、この場合、結晶相がコバルトを主体とし、これにネオジウム、プラセオジウム、イットリウム、ランタン、サマリウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホロミウム、白金、及びパラジウムの内より選ばれる少なくとも1種類の元素を含んでおり、非晶質相として酸化ケイ素、酸化亜鉛、酸化タンタル、及び酸化アルミニウムの内より選ばれる少なくとも1種類の化合物が結晶粒子を取囲むように存在し得る。

【0034】この磁性層を用いる場合には、先の下地層の結晶粒子上から制御層中の結晶粒子を介してCo粒子が成長し、下地層中の非晶質の結晶粒界部上から制御層を介して酸化物が成長する構造に成膜できる。その結果、下地層の結晶粒子径及び磁性層の磁性粒子径、並びに、下地層の結晶粒界部の幅及び磁性層の磁性粒子の境界部の幅とを実質的に等しくできる。

【0035】本発明において、下地層／制御層／磁性層の積層体を構成する材料の好ましい組み合わせとして、 $\text{CoO}-\text{SiO}_2/\text{MgO}/\text{Co}-\text{Cr}-\text{Pt}-\text{Ta}$ 合金、 $\text{CoO}-\text{SiO}_2/\text{Cr}-\text{W}$ 合金/ $\text{Co}-\text{Cr}-\text{Pt}-\text{Ta}$ 合金、 $\text{CoO}-\text{SiO}_2/\text{MgO}/\text{Co}-\text{SiO}_2$ 、グラニューラ型磁性膜、 $\text{CoO}-\text{SiO}_2/\text{Ni}-\text{A}$

10

20

30

40

50

合金/Co-Cr-Pt-Ta合金、CoO-SiO₂/Cr-Ti合金/Co-Cr-Pt-Ta合金、CoO-SiO₂/Ni-Ta合金/Co-Pt-SiO₂グラニューラ型磁性膜、CoO-SiO₂/Ni-Ta合金/Co-Cr-Pt-Ta合金、CoO-SiO₂/Cr-Ru合金/Co-Cr-Pt-Ta合金、CoO-SiO₂/Cr-Ru合金/Co-Pt-SiO₂グラニューラ型磁性膜、CoO-SiO₂/Co-Cr-Zr合金/Co-Pt-SiO₂グラニューラ型磁性膜、CoO-SiO₂/Co-Cr-Pt-Ta合金、CoO-SiO₂/Cr-Mo合金/Co-Cr-Pt-Ta合金、及びCoO-SiO₂/Cr-Mo合金/Co-Pt-SiO₂グラニューラ型磁性膜が挙げられる。このような組み合わせを選択することで、磁性層の磁性粒子の構造及び粒子径分布を一層良好に制御して、超高密度記録に適した磁気記録媒体を製造することができる。

【0036】本発明の第2の態様に従えば、本発明の第1の態様に従う少なくとも一つの磁気記録媒体と；上記磁気記録媒体に情報を記録または再生するための磁気ヘッドと；上記磁気記録媒体を上記磁気ヘッドに対し駆動するための駆動装置と；を含む磁気記録装置が提供される。

【0037】本発明の磁気記録装置は、本発明の磁気記録媒体を装着しているの、画像や音声、コードデータなどの情報を、低ノイズで高密度記録することができる。

【0038】

【発明の実施の形態】本発明の磁気記録媒体、及び磁気記録装置の詳細を以下の実施例を用いて具体的に説明する。ただし、本発明の実施はこれらの実施例に限定されない。

【0039】

【実施例1】本実施例は、図1に断面構造を示すように、基板1上に、下地層2、下地層2と磁性層4の間の結晶格子のずれを調整するための制御層3、磁性層4、及び保護層5をこの順に積層して磁気ディスクを形成した。この磁気ディスクの製造方法、並びに形成した各層及び磁気ディスクの測定結果について説明する。ここでは、下地層にCoO-SiO₂膜を、制御層にMgO膜をそれぞれ用いた。

【0040】(1) 下地層の形成

直径2.5 inch (6.35 cm) のガラス基板1上に、ECRスパッタ法により、下地層2としてCoO-SiO₂膜を形成した。ターゲットにCo-Si合金を、スパッタガスにAr-O₂混合ガスをそれぞれ用いた、反応性スパッタ法を実行した。スパッタ時のガス圧は3 mTorr (約399 Pa) であり、投入マイクロ波の周波数は2.98 GHz、投入マイクロ波電力は1 kWであった。また、マイクロ波により励起されたプラ

ズマをターゲット方向に引き込むため、かつターゲット粒子の持つエネルギーを揃えるために、500 WのRFバイアス電圧をターゲットに印加した。このようなECRスパッタ法により、下地層2を30 nmの膜厚に形成した。

【0041】(2) 下地層の組成分析、TEMによる観察、及びX線回折法による解析

形成した下地層の膜の組成は、蛍光X線を用いたCo及びSiの定量分析結果から、CoOとSiO₂が2:1の割合であることが分かった。

【0042】形成した下地層2の表面を高分解能透過型電子顕微鏡(TEM)により明視野で観察した。その観察像の概略を図2に示す。図に示すように、このCoO-SiO₂薄膜は、正六角形の結晶粒子12の集合体であり、結晶粒子12は互いに均一な幅の結晶粒界部14を介して規則的に配列していた。次いで、このCoO-SiO₂膜2の断面をTEMにより観察したところ、この正六角形の結晶粒子12は基板面に対して垂直方向に柱状の構造が成長していることが観察された。この柱状構造は、均一な粒子径を保ったまま上方にエピタキシャル成長していることが分かった。

【0043】CoO-SiO₂膜における結晶粒子12及び結晶粒界部14について、極微小領域のエネルギー分散型X線分析(μ-EDX分析)を行ったところ、結晶粒子12はCoOで、結晶粒界部14はSiO₂であった。

【0044】下地層であるCoO-SiO₂膜の構造をさらに詳しく調べるために、格子像観察を行った。それによると、CoOは結晶質であり、SiO₂は非晶質であった。格子定数を求めたところ、後述する磁性層に含まれているCoの値にほぼ等しい値であった。

【0045】次に、下地層であるCoO-SiO₂膜表面のTEMによる観察結果を用いて、結晶粒子径(正六角形の対辺の距離)、結晶粒子径分布、及び1つの結晶粒子の周囲を取り囲んでいる結晶粒子数(以下、配位粒子数と呼ぶ)を解析した。まず、結晶粒子径について、ランダムに選択した一辺が200 nmの正方形の領域に存在する粒子を調べたところ、平均粒径は10 nmであった。粒子径分布は、正規分布をしており、標準偏差(σ)は0.5 nmであった。配位粒子数は、500個の結晶粒子について調べたところ、平均6.01個であった。このことは、結晶粒子の粒子径のばらつきが少なく、基板面に平行な面内で結晶粒子の正六角形がハニカム状に極めて規則的に配列していることを示している。

【0046】また、TEMによる観察の結果、結晶粒子間の間隔は、0.5~1.0 nmであった。この間隔は、ターゲットの組成(CoとSiの比、あるいはCoOとSiO₂の比など)を変化させることにより、また、基板温度を高温に保つことによっても、所望の結晶粒子間隔に成膜することができる。ここで、SiO

は、構造に規則性を持たせる重要な役割を有しており、形成する結晶粒子の間隔を決定している。ハニカム構造の規則性を反映する配位粒子数は、この結晶粒子間隔に依存して変化する。例えば、 SiO_2 濃度を低くすると、粒子間隔は狭くなる（結晶粒子どうしが接近する）と同時に、結晶構造に乱れが観測された。配位粒子数は、7 個と大きい粒子や、逆に、4 ~ 5 個と少ない粒子が存在しており、ばらつきが大きくなった。その上、二次元の配列には乱れが生じ、ハニカム構造が崩れた。一方、 SiO_2 濃度を高くすると、この結晶粒子間隔は長くなるが、 SiO_2 が多量に過ぎる場合には CoO の析出成長が抑制されることが分かった。それゆえ、結晶粒子間隔を 0.5 ~ 2 nm の範囲になるように調整した。

【0047】下地層である CoO-SiO_2 膜の結晶構造を X 線回折法により解析した。得られた回折プロファイルを図 3 に示す。これによると、 $2\theta = 62.5^\circ$ 付近に CoO の (220) の回折ピークが観測された。この他のピークは観測されなかった。このことは、 CoO が薄膜中で一方向にのみ結晶配向していることを示している。下地層の成膜条件や組成を変化させることにより、下地層の結晶粒子は所望の配向に成長させることができる。すなわち、配向性の制御が可能である。

【0048】(3) 制御層の形成、TEM による観察、格子像観察及び X 線回折法による解析

次に、下地層である CoO-SiO_2 膜 2 上に、下地層 2 と磁性層 4 間の結晶格子のずれを調整するための制御層 3 として、ECR スパッタ法により、 MgO 膜を形成した。ターゲットには MgO を、スパッタガスとして Ar をそれぞれ用いた。スパッタ時のガス圧は 3 mTorr、投入マイクロ波電力は 1 kW であった。また、マイクロ波により励起されたプラズマをターゲット方向に引き込むため、かつターゲット粒子の持つエネルギーを揃えるために、500 V の DC バイアス電圧をターゲットに印加した。この ECR スパッタ法により、 MgO 膜を 3 nm の膜厚に形成した。

【0049】この方法により形成した MgO 膜は化学量論組成からのずれがなく、下地層 2 の結晶粒子上からエピタキシャル成長していた。X 線回折法による解析では、 MgO の (110) のみが観測され、 MgO が一方向にのみ強く結晶配向していることがわかった。

【0050】また、この制御層である MgO 膜は、TEM による観察結果から、下地層である CoO-SiO_2 膜を反映したハニカム構造を有していることが分かった。しかし、 MgO 膜の結晶粒界部は比較的明確ではないため、下地層ほど明確なハニカム構造ではなかった。TEM による観察像を用いて、ランダムに選択した一辺が 200 nm の正方形の領域に存在する結晶粒子 500 個について配位粒子数を調べたところ、平均 6.01 個であった。格子像観察によれば、下地層の結晶粒子上で

は制御層の結晶質部分がエピタキシャル成長しており、下地層の結晶粒界部上では制御層は多結晶となっていることが分かった。また、下地層と制御層との間の格子定数の差は、4 % であった。

【0051】(4) 磁性層の形成

上記の制御層である MgO 膜 3 上に、磁性層 4 として、 $\text{Co}_0, \text{Cr}_1, \text{Pt}_1, \text{Ta}_3$ 膜を DC スパッタ法により形成した。ターゲットには Co-Cr-Pt-Ta 合金を、スパッタガスには Ar をそれぞれ使用した。スパッタ時のガス圧は 3 mTorr、投入 DC 電力は 1 kW / 150 mm ϕ であった。この磁性層 4 の形成中は、基板を 300 $^\circ\text{C}$ に加熱した。このようにして 15 nm 膜厚に $\text{Co}_0, \text{Cr}_1, \text{Pt}_1, \text{Ta}_3$ 膜を形成した。

【0052】(5) 磁性層の TEM による観察、X 線回折法による解析及び磁気特性測定

次に、上述の方法により形成した磁性層 $\text{Co}_0, \text{Cr}_1, \text{Pt}_1, \text{Ta}_3$ 膜の構造を TEM により観察した。それによると、下地層である CoO-SiO_2 膜の構造を反映して、ハニカム構造を有していることがわかった。表面の観察像を用いて求めた、磁性粒子の平均粒子径は 10 nm であった。さらに粒子径分布を求めたところ、 σ は 0.6 nm であった。このように、磁性層の磁性粒子は微細化して、かつ、粒子径分布が小さくなり、下地層と同一の形態であることが分かった。次に、配位粒子数を求めた。500 個の結晶粒子について調べたところ、配位粒子数は平均 6.01 個であり、先の下地層及び制御層における配位粒子数と一致していた。このことは、結晶粒子の粒子径のばらつきが少なく、磁性層が制御層を設けたことにより下地層の構造を反映して、基板面に平行な面内で結晶粒子の正六角形がハニカム状に極めて規則的に配列していることを示している。

【0053】TEM により、磁性層である $\text{Co}_0, \text{Cr}_1, \text{Pt}_1, \text{Ta}_3$ 膜の断面構造を観察したところ、下地層である CoO-SiO_2 膜、制御層である MgO 膜、及び磁性層それぞれの間では、結晶格子のつながりが見られ、磁性層は制御層を介して下地層から連続してエピタキシャル成長していることが分かった。特に、下地層の結晶粒子上からは制御層を介して磁性層中の磁性粒子まで連続する良好な柱状組織が成長していた。また、制御層と磁性層との間の格子定数の差は、4 % であった。

【0054】さらに、格子像観察及び後述する X 線回折の結果により $\text{Co}_0, \text{Cr}_1, \text{Pt}_1, \text{Ta}_3$ 膜中の磁性粒子は結晶質であり、一方、磁性粒子（結晶粒子）間の境界部は明確な結晶構造は見られず多結晶の集合体であることが分かった。ここで、結晶質の磁性粒子は、下地層である CoO-SiO_2 膜の正六角形の結晶粒子上から制御層である MgO 膜を介して成長しており、多結晶体の磁性粒子間の境界部は、制御層を介して CoO-SiO_2 膜の結晶粒界部に対応していることが分かつ

た。Co, Cr, Pt, Ta, 膜中の磁性粒子の境界部（多結晶体）は、磁性粒子部分と異なり、非磁性体としての挙動を示す。この境界部は、磁性粒子間に 0.5~1.0 nm の幅で存在しているため、隣り合う磁性粒子間の磁氣的相互作用は弱められる。したがって、個々の磁性粒子（結晶粒子）が記録・消去時の磁化反転に際し独立して挙動しやすくなり、磁化反転単位をなす磁性粒子数、即ち、磁性層面積を小さくすることが可能となった。

【0055】制御層の上に磁性層である Co, Cr, Pt, Ta, 膜を形成した後、X線回折法による解析を行った。得られたX線回折プロファイルを図4に示す。2θ=62.5°付近の下地層中のCoOのピークに加えて、2θ=72.5°付近に弱いピークが観測された。TEM観察結果と合わせて考えると、2θ=72.5°付近のピークは磁性層中のCoの(11, 0)であり、Coがこの方向に強く配向していることがわかる。よく知られているように、Coの(11, 0)は、高密度記録のために要求されている結晶配向である。即ち、磁性層中の磁性粒子においては、Coがこの方向に強く配向しており、所望の結晶配向が磁性層において実現できたことを示している。

【0056】この磁気記録媒体の磁気特性を測定した。得られた磁気特性は、保磁力が3.5 kOe、Isvが 2.5×10^{-16} emu、M-Hループにおけるヒステリシスの角型性の指標であるSが0.8、S'が0.86であり、良好な磁気特性を有していた。このように、角型性を示す指標が大きい（角型に近い）のは、磁性層が、制御層を介して下地層であるCoO-SiO₂膜の結晶粒子及び結晶粒界部をそれぞれ反映した構造に成長し、この結果磁性粒子間の磁氣的相互作用が低減された構造が得られたためである。

【0057】(6) 保護層の形成

最後に、ECRスパッタ法により、磁性層である Co, Cr, Pt, Ta, 膜上に保護膜5としてカーボン膜を形成した。ターゲットにはリング状のカーボンターゲットを、スパッタガスにはArをそれぞれ使用した。スパッタ時のガス圧は3 mTorr、投入マイクロ波電力は1 kWであった。また、マイクロ波により励起されたプラズマをターゲット方向に引き込むため、かつターゲット粒子の持つエネルギーを揃えるために500 VのDCバイアス電圧をターゲットに印加した。このECRスパッタにより、カーボン膜を5 nmの膜厚に形成した。このようにして、図1に示した構造の磁気ディスク10を得た。

【0058】ここで、保護膜の形成にECRスパッタ法を用いることにより、RFスパッタ法やDCスパッタ法に比べて緻密でかつピンホールフリーな膜が得られることが分かった。これに加えて、ECRスパッタ法で保護層を形成すると磁性層の受けるダメージが著しく小さい

という特徴もある。特に、40 Gbits/inch²を越える高密度記録を行う場合、磁性層の膜厚は10 nm以下になることが考えられるが、この場合に保護層成膜時に磁性層が受けるダメージはますます大きくなる。よってECRスパッタ法は超高密度磁気記録用の磁気記録媒体製造を行う場合に有効な成膜手法である。

【0059】(7) 磁気ディスクの評価

次に、上述のように形成したカーボン膜5の上に潤滑剤を塗布して磁気ディスク10を完成させた。同様のプロセスにより複数枚の磁気ディスクを作製し、それらを磁気記録装置に組み込んだ。磁気記録装置の概略構成を図5及び図6に示す。図5は磁気記録装置の上面の図であり、図6は、図5の破線A-A'における磁気記録装置60の断面図である。記録用磁気ヘッドとして、2.1 Tの高飽和磁束密度を有する軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッドを用い、再生のために巨大磁気抵抗効果を有するデュアルスピンバルブ型磁気ヘッドを用いた。記録用磁気ヘッド及び再生用磁気ヘッドは一体化されており、図5及び図6では磁気ヘッド53として示した。この一体型の磁気ヘッド53は磁気ヘッド用駆動系54により制御される。複数の磁気ディスク51は回転駆動系51のスピンドル52により同軸回転される。磁気ヘッド面と磁気ディスク10との距離は15 nmに保った。この磁気ディスクに40 Gbits/inch²に相当する信号を記録してディスクのS/Nを評価したところ、32 dBの再生出力が得られた。

【0060】ここで、磁気力顕微鏡(MFM)により磁化反転単位を測定した。1ビットのデータを記録する際に印加した記録磁界に対して、磁性粒子2から3個が一度に磁化反転した。これは、従来の5から10個に比べて十分に小さい。これに伴い、隣接する磁化反転単位の境界に相当する部分（ジグザグパターン）も従来の磁気ディスクより著しく小さかった。これは、磁性粒子が微細化し、磁化反転単位も小さくなったため、磁化反転領域の境界線が滑らかになったことを示している。また、熱揺らぎや熱による減磁も発生しなかった。これは、磁性層であるCo, Cr, Pt, Ta, 膜の磁性粒子径分布が小さいことによる効果である。また、このディスクの欠陥レートを測定したところ、信号処理を行わない場合の値で、 1×10^{-5} 以下であった。

【0061】また、下地層であるCoO-SiO₂膜の膜厚を厚くした場合も、薄膜の場合と同様に結晶粒子径は一定であった。しかし、形成した30 nmの下地層のうち基板表面から20 nmは、規則的なハニカム構造を持たない初期成長層が観察され、安定した柱状構造を得るためには、30 nm程度の膜厚が必要であることがわかった。さらに、3 nm以下の膜厚では、成膜装置の都合上安定して膜を形成することが困難であり、また、磁性粒子が良好なエピタキシャル成長をしにくくなる。一方、100 nm以上では成膜に時間がかかるため、これ

らの点を考慮して適当な膜厚を選択する必要がある。

【0062】ここで、制御層であるMgO膜と磁性層の間に、結晶格子のずれをさらに調整するため、Cr₂O₃、Ru₂O₃合金層を設けてもよい。このCr₂O₃、Ru₂O₃合金層を設けると、磁性層であるCo₂O₃、Cr₂O₃、Pt₂O₃、Ta₂O₃膜の結晶性が向上する。実際に、X線回折における $2\theta = 72.5^\circ$ 付近のCoO(110)のピークの強度が増し、さらにシャープになることが分かった。これは、高密度記録に適した結晶配向がより強く得られたことを示している。その上、保磁力が4.0 kOeに増大し、角型性もSが0.86、S'が0.93に向上した。このように、磁性層の結晶配向性を精密に制御するため、用いる磁性層材料、構造、組成により結晶格子のずれを調整するための制御層を二層以上にしてもよい。

【0063】

【実施例2】本実施例は、結晶格子のずれを調整するための制御層に、実施例1で用いた材料とは異なる材料を使用するが、形成する磁気ディスクの構造は、図1に示した構造と同様の構造である。この例では、制御層にCr-W合金を用いた。

【0064】(1) 各層の形成

直径2.5 inchのガラス基板上に、下地層として実施例1と同様の材料であるCoO-SiO₂膜を、実施例1と同様のECRスパッタ法により形成した。このCoO-SiO₂膜上に、制御層としてCr-W合金層を、ECRスパッタ法により形成した。ターゲットはCr-W合金を、スパッタガスにはArをそれぞれ用いた。スパッタ時のガス圧は3 mTorr、投入マイクロ波電力は1 kWであった。また、マイクロ波により励起されたプラズマをターゲット方向に引き込むため、かつターゲット粒子の持つエネルギーを揃えるために、500 VのDCバイアス電圧をターゲットに印加した。このECRスパッタ法によりCr-W膜を膜厚3 nmに形成した。

【0065】この制御層であるCr-W膜上に、磁性層としてCo₂O₃、Cr₂O₃、Pt₂O₃、Ta₂O₃膜を、DCスパッタ法により形成した。ターゲットにはCo-Cr-Pt-Ta合金を、スパッタガスにはArをそれぞれ使用した。スパッタ時のガス圧は3 mTorr、投入DC電力は1 kW/150 mmφであった。このようにして、Co₂O₃、Cr₂O₃、Pt₂O₃、Ta₂O₃膜を10 nmの膜厚に形成した。

【0066】(2) 磁性層のX線回折法による解析、TEMによる観察及び磁気特性測定

制御層上に磁性層であるCo₂O₃、Cr₂O₃、Pt₂O₃、Ta₂O₃膜を形成した後、この積層体の構造をX線回折法により調べた。その結果、Coの(110)が強く配向していた。また、非常に弱いCrのピークが $2\theta = 44.5^\circ$ 付近に観察された。したがって、所望の結晶配

向が磁性層において実現できたことが分かる。

【0067】TEMによる磁性層表面の観察から、磁性粒子の平均粒子径は10 nmであり、下地層中の結晶粒子の粒子径と同じであった。磁性粒子の粒子径分布を求めたところ、 σ は0.7 nmであった。このように、磁性層中の磁性粒子は微細化しており、かつ、粒子径分布が小さいことが分かった。また、断面の観察から、下地層中の結晶粒子上から制御層中の結晶粒子を介して、磁性層中の磁性粒子は、エピタキシャル成長していることがわかった。その構造は、基板から上方に垂直に成長している良好な柱状構造であり、基板表面から磁性層表面まで結晶粒子径が変化していないことが分かった。

【0068】この磁性層の磁気特性を測定した。得られた磁気特性は、保磁力が3.0 kOe、I_{sv}が 2.5×10^{-16} emu、M-Hループにおけるヒステリシスの角型性の指標であるSが0.81、S'が0.85であり、良好な磁気特性を有していた。

【0069】(3) 保護層の形成

最後に保護層として、ECRスパッタ法により、カーボン膜を5 nmの膜厚に形成した。ECRスパッタの条件は、実施例1と同条件であった。このようにして、図1に示した構造の磁気ディスクを得た。

【0070】(4) 磁気ディスクの評価

次に、上述のように形成したカーボン膜の上に潤滑剤を塗布して磁気ディスクを完成させた。同様のプロセスにより複数枚の磁気ディスクを作製し、それらを磁気記録装置のスピンドルに同軸上に取り付けた磁気記録装置の構成は実施例1と同様に、図5及び図6に示す構成とした。磁気ヘッド面と磁気ディスクとの距離は15 nmに保った。この磁気ディスクに50 Gbits/inch²に相当する信号を記録してディスクのS/Nを評価したところ、32 dBの再生出力が得られた。

【0071】ここで、磁気力顕微鏡(MFM)により磁化反転単位を測定した。1ビットのデータを記録する際に印加した記録磁界に対して、磁性粒子2から3個が一度に磁化反転した。これは、従来の5から10個に比べて十分に小さい。これに伴い、隣接する磁化反転単位の境界に相当する部分(ジグザグパターン)も従来の磁気ディスクより著しく小さかった。これは、磁性粒子が微細化し、磁化反転単位も小さくなったため、磁化反転領域の境界線が滑らかになったことを示している。また、熱揺らぎや熱による減磁も発生しなかった。これは、磁性粒子径の分布が小さいことによる効果である。また、このディスクの欠陥レートを測定したところ、信号処理を行わない場合の値で、 1×10^{-5} 以下であった。

【0072】本実施例では、下地層と磁性層の結晶格子のずれを調整するための制御層に、Cr-W合金を用いたが、これ以外に、例えば、Ni-Al合金やNi-Ta合金などのニッケル合金を用いてもCr-W合金と同様の制御層としての効果が得られた。また、この制御層

は、磁性層と下地層との格子定数の差が大きい場合には、Cr/Cr-Ti/Ni-Taなどのように下地層と磁性層の間に多層膜を用いることにより、結晶格子面の不一致を小さくでき、磁気特性を向上させることができる。特に、磁性層の膜厚が10nm以下の極薄膜になった場合に、多層膜を用いると、所望の磁気特性に制御しやすくなる。

【0073】さらに、制御層としてCr-Wの代わりにバナジウムを用いてもよい。格子定数を変化させるために、バナジウムに、チタン、アルミニウム、タンタル、ニッケルなどの元素を5%から30%程度加えてもよい。

【0074】また、上記実施例1及び2では結晶粒子としてCoOを用いたが、これ以外に、酸化鉄あるいは酸化ニッケルを用いてもCoOと同様の正六角形の結晶粒子が得られた。さらに、結晶粒界部としてSiO₂を用いたが、これ以外に、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化タンタルあるいは酸化亜鉛を用いてもSiO₂同様の均一な結晶粒界部が得られた。

【0075】上記実施例1及び2では磁性層としてCo-Cr-Pt-Ta合金を用いたが、白金の代りにパラジウム、テルビウム、ガドリニウム、サマリウム、ネオジウム、ジスプロシウム、ホロミウム、及びユーロピウムの内のいずれかを用いてもよい。また、タンタルの代りにニオブ、ケイ素、ホウ素、及びバナジウムの内のいずれかを用いてもよい。また、これらの元素を複数含むこともできる。

【0076】

【実施例3】本実施例では、磁性層として実施例1及び2で用いた材料とは異なる材料を使用するが、形成する磁気ディスクの構造は、図1に示した構造と同様の構造である。ここでは、磁気記録用の磁性層に、酸化物中に粒上の金属が存在している、Co-SiO₂系のグラニューラ型磁性膜を用いた。

【0077】(1) 下地層、制御層、及び磁性層の形成
磁気ディスク用の基板として、直径2.5inchのガラス基板を用いた。この上に、実施例1と同様の材料及び条件で、ECRスパッタ法により下地層であるCoO-SiO₂膜と、制御層であるMgO膜とを順次形成した。さらにその上に、磁性層として、ECRスパッタ法によりグラニューラ構造を有するCo-SiO₂系磁性膜を形成した。ターゲットにはCo-SiO₂混合(混合比は、Co:SiO₂=1:1)ターゲットを、スパッタガスにはArをそれぞれ使用した。スパッタ時のガス圧は3mTorr、投入マイクロ波電力は1kWであった。マイクロ波により励起されたプラズマをターゲット方向に引き込むため、かつターゲット粒子の持つエネルギーを揃えるために、500WのRFバイアス電圧をターゲットに印加した。成膜中は、基板を300℃に加熱した。このECRスパッタ法により、グラニューラ型Co

-SiO₂膜を10nmの膜厚に形成した。

【0078】(2) 磁性層のTEM及びAFMによる観察、並びに磁気特性測定

TEMにより、磁性層の平面を観察した。その結果、下地層であるCoO-SiO₂膜のハニカム構造を反映して、磁性層であるグラニューラ型Co-SiO₂膜中の磁性粒子も正六角形であり規則的にハニカム状に配列していることが分かった。TEMによる断面の観察から、磁性層のCoが下地層の結晶粒子上から制御層を介してエピタキシャル成長しており、下地層の非晶質の結晶粒界部からは磁性層のSiO₂がそれぞれ成長していた。断面は柱状構造であり、基板上から磁性層表面まで均一な粒子径で成長していた。磁性層中では、磁性粒子のCoは非磁性のSiO₂に囲まれているため、磁性粒子が均一な幅の境界部SiO₂で分離されることにより、磁氣的相互作用が大きく低減されることが理解される。したがってこのグラニューラ型Co-SiO₂膜は、磁化反転単位を小さくすることが可能になり、高密度な磁気記録を実現するのに好適である。

【0079】また、原子間力電子顕微鏡(AFM)による観察の結果、グラニューラ型Co-SiO₂膜の表面には凹凸があることが分かった。この凹凸は、基板面に平行方向が6μm、基板面に垂直方向が10nm以下(AFMの測定下限以下)であった。この値は基板面の傷や凹凸に比べて小さく、磁性層表面が滑らかであり、それら基板面の荒さが磁性層表面へ影響することを防ぐことが可能であることを示している。AFMにより、下地層であるCoO-SiO₂膜を観察した結果と比較したところ、この磁性層の凹凸は、下地層のモフォロジーを反映していることが分かった。

【0080】この磁性層であるグラニューラ型Co-SiO₂膜の磁気特性を測定した。得られた磁気特性は、保磁力が4.0kOe、Isvが2.5×10⁻¹⁶emu、M-Hループにおけるヒステリシスの角型性の指標であるSが0.85、S'が0.90であり、良好な磁気特性を有していた。このことは、磁性層の結晶粒子径が小さく、そのばらつきが小さいこと、さらに、磁性粒子間の磁氣的相互作用が低減した結果である。

【0081】(3) 保護層の形成及びTEMによる観察
上述のように形成したグラニューラ型Co-SiO₂膜の上に、実施例1での保護層形成と同条件のECRスパッタ法により、保護層であるカーボン膜を形成した。このカーボン膜は3nmの膜厚に形成した。

【0082】このようにグラニューラ型Co-SiO₂膜上にカーボン膜を形成後、その表面をTEMにより観察した。その結果、磁性層であるグラニューラ型Co-SiO₂膜表面と同じでハニカム構造を反映した小さい凹凸があり、しかも、磁性層表面は保護膜で完全に覆われていることが分かった。

【0083】(4) 磁気ディスクの評価

次に、上述のように形成したカーボン膜の上に潤滑剤を塗布して磁気ディスクを完成させた。同様のプロセスにより複数枚の磁気ディスクを作製し、それらを磁気記録装置のスピンドルに同軸上に取り付けた磁気記録装置の構成は実施例 1 と同様に、図 5 及び図 6 に示す構成とした。磁気ヘッド面と磁気ディスクとの距離は 12 nm に保った。この磁気ディスクに 50 Gbits/inch² に相当する信号を記録してディスクの S/N を評価したところ、30 dB の再生出力が得られた。

【0084】ここで、磁気力顕微鏡 (MFM) により磁化反転単位を測定した。1 ビットのデータを記録する際に印加した記録磁界に対して、磁性粒子 1 から 2 個が一度に磁化反転した。これは、従来の 5 から 10 個に比べて十分に小さい。これに伴い、隣接する磁化反転単位の境界に相当する部分 (ジグザグパターン) も従来の磁気ディスクより著しく小さかった。これは、磁性粒子が微細化し、磁化反転単位も小さくなったため、磁化反転領域の境界線が滑らかになったことを示している。また、熱揺らぎや熱による減磁も発生しなかった。これは、磁性層であるグラニューラ型 CoO-SiO₂ 膜の磁性粒子径分布が小さいことによる効果である。また、このディスクの欠陥レートを測定したところ、信号処理を行わない場合の値で、 1×10^{-12} 以下であった。

【0085】ここで、ヘッドと磁気記録媒体表面との距離は 12 nm であり、磁気記録装置は、磁気ヘッドを安定に浮上させることができた。しかし、下地層及び制御層を有していない磁気ディスクを同様の条件で駆動したところ、安定した再生信号が得られなかったり、ヘッドクラッシュが発生したりした。安定した再生信号が得られないのは、下地層及び制御層を持たないこの磁気ディスクの表面の凹凸が大きく、磁気記録装置が磁気ヘッドと磁気ディスク表面の距離を一定にするよう制御できる範囲を超えているためである。したがって下地層及び制御層は、磁気ディスクの表面の凹凸を減らす効果もあることが分かった。

【0086】本実施例では磁性層としてグラニューラ型 CoO-SiO₂ 膜を用いたが、コバルトに白金、パラジウム、ガドリニウム、サマリウム、プラセオジウム、ネオジウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホロミウム、イットリウム、ランタンなどの元素を添加することもできる。これまでグラニューラ型磁性膜は、保磁力が小さいために磁気記録媒体の磁性層に用いられていなかったが、これら元素を添加することによりグラニューラ型磁性層中の磁性粒子の磁気異方性を向上させることができる。実際にコバルトに白金を添加した系を用いると、磁性粒子の磁気異方性が増大するとともに保磁力も増大した。また、本発明に従い、下地層及び制御層を用いて磁性層の構造を制御し、保磁力を向上させることにより、グラニューラ型磁性膜を有効に使用することが可能になる。

【0087】また、本実施例では磁性層の形成に ECR スパッタ法を用いたが、Co-SiO₂ 混合 (あるいは複合) のターゲットを用いてマグネトロンスパッタ法などを用いてもよい。しかし、この場合は、結晶粒子形状が ECR スパッタ法を用いた場合よりやや劣化することがあるため、ECR スパッタ法がより望ましい。

【0088】上記実施例 1 から 3 では直径 2.5 inch のガラス基板を用いたが、これは 1 例であり、いずれのサイズの基板を用いても、また、アルミニウムやアルミニウム合金基板を用いてもよい。

【0089】上記実施例 1 から 3 では、ガラス基板上に下地層を設けたが、基板を下地層と同じ材料で構成して下地層の形成を省略してもよい。この場合には、請求の範囲における「基板」と「下地層」は、同一物を意味すると解釈されるべきである。

【0090】上記実施例 1 から 3 で用いた下地層である CoO-SiO₂ 膜の格子定数は、ECR スパッタの成膜条件によって制御できる。さらには、CoO にイオン半径の異なる金属 (例えば、クロム、鉄、あるいはニッケルなど) を添加することでも、あるいは、これらの金属の酸化物を添加しても、制御が可能であることがわかった。

【0091】上記実施例 1 から 3 では、下地層形成においてターゲットに Co-Si 合金を、スパッタガスに Ar-O₂ 混合ガスをそれぞれ用いた反応性スパッタを実行したが、CoO と SiO₂ を 2:1 に混合して焼結したものをターゲットに、Ar をスパッタガスにそれぞれ使用してスパッタ法を実行してもよい。しかし、反応性スパッタは、成膜速度が速いので、生産性の点から有利である。

【0092】上記実施例 1 から 3 では、下地層である CoO-SiO₂ 膜の形成にターゲットとして、Co と Si との混合物の焼結体を用いた。これらの各元素 (化合物) の単体での焼結体をターゲットに用い、二元同時スパッタにより成膜しても本実施例と同様のハニカム構造の膜が得られる。いずれのターゲットを用いても、ECR スパッタ法を用いる限り、スパッタ粒子のエネルギーを精密に制御することができるため、ECR スパッタ法は下地層の成膜に極めて有効である。

【0093】上記実施例 1 から 3 では下地層の形成に ECR スパッタ法を用いたが、他のスパッタ法を用いることもできる。しかし、以下で比較するように、ECR スパッタ法がより望ましい。下地層をマグネトロンスパッタ法により形成し、この CoO-SiO₂ 膜の構造を解析したところ、平均粒子径は 10 nm であったが、粒子径分布については、正規分布をしているものの σ は 1.2 nm であり、ECR スパッタ法で形成した場合の 0.7 nm に比べて粒子径のばらつきが大きくなった。加えて、500 個の結晶粒子について配位粒子数を求めたところ、平均 6.30 個であり、ECR スパッタ法で形成

した場合の 6. 0 1 個に比べて規則性が低下していることが分かった。このように、E C R スパッタ法を用いると、下地層の構造の規則性を大きく改善できることが分かった。

【0 0 9 4】また、上記実施例 1 から 3 では、保護層であるカーボン膜形成において、スパッタガスに A r を使用したが、窒素を含むガスを用いてもよい。これは、粒子が微細化するために、得られる膜が緻密化し、保護性能を向上させることができるからである。

【0 0 9 5】さらに、上記実施例 1 から 3 では保護層であるカーボン膜形成に E C R スパッタ法を用いたが、これ以外にマグネトロン型 R F スパッタ法などを用いることもできる。しかし、2 つの手法を比較すると、いくつかの点から E C R スパッタ法がより望ましいことが分かった。E C R スパッタ法を用いて形成したカーボン膜と、マグネトロン型 R F スパッタ法で形成したカーボン膜をそれぞれ有する磁気ディスクの磁気特性を比較した。マグネトロン型 R F スパッタ法で形成したカーボン膜を有する磁気ディスクでは、E C R スパッタ法でカーボン膜を形成した場合に比べ、保磁力が 2. 5 ~ 1. 8 k O e に低下していた。同時にこの保磁力は、1 枚の磁気ディスク上に大きなむらを生じていた。このように、E C R スパッタ法は保護層形成において、カーボン膜で磁性層を均一に被覆できることや、形成したカーボン膜が緻密であることに加えて、成膜時の磁性層への損傷も抑制できることが分かった。

【0 0 9 6】

【発明の効果】本発明に従う磁気記録媒体、及び磁気記録装置によれば、ハニカム構造の下地層と磁性層間の結晶格子の不一致を調整するための制御層を設けることにより、磁性層に下地層のハニカム構造を確実に反映させ、エピタキシャル成長を促進できる。これによってその上に形成する磁性層の構造の制御性を大きく向上できる。

【0 0 9 7】この制御層を下地層と磁性層間に設けることにより磁性層のエピタキシャル成長が促進されるため、下地層中の個々の結晶粒子径、及び結晶粒界部の幅を確実に反映させて、磁性層の磁性粒子及び磁性粒子の境界部を成長させることができる。そのため、磁性層の磁性粒子径及びその分布を精密に制御することが可能である。これにより、磁性層の保磁力の低下を防ぎ、良好な磁気特性を持つ磁性層を得ることができる。また、制御層を設けることにより、基板と磁性層の接着力を向上させ、磁性層をはがれにくくする効果もある。

【0 0 9 8】一方で下地層は、正六角形の結晶粒子が均一な幅の結晶粒界部を介して極めて規則的に配列した、ハニカム構造を有している。そこで、下地層上に制御層を介して形成した磁性層中では、下地層の結晶粒子に対応する部分から磁性粒子がエピタキシャル成長し、下地層の結晶粒界部に対応する部分からは磁性層の非磁性の

境界部分が成長する。このため、下地層のハニカム構造を反映させることで、磁性粒子の粒子径、粒子間の距離、粒子径分布、及び配向性を制御できる。下地層の結晶構造は、成膜条件や材料の選択及び E C R スパッタ法を用いることにより、制御が可能である。個々の磁性粒子は非磁性の境界部で均一に隔てられているため、磁気的に独立となり、磁化反転単位を従来の磁性粒子数 5 ~ 1 0 個に比べ、本発明の磁気記録媒体では 1 ~ 2 個と小さくすることができる。個々の磁性粒子径を微細化すること、及び磁化反転単位を小さくすることによって磁気記録媒体のノイズを減少させることができる。また、磁性粒子の粒子径のばらつきを小さくすることによっても、磁気記録媒体のノイズを減少させることができ、加えて熱揺らぎや熱による減磁を防ぐことができる。また、磁性粒子は下地層の結晶粒子の結晶配向を反映して成長するため、磁性粒子が高密度記録に適した強い配向を持つ磁性層を形成でき、高密度記録に適した磁気記録媒体を提供できる。

【0 0 9 9】本発明の磁気記録媒体及び磁気記録装置を用いれば、磁気記録媒体のノイズの減少、熱揺らぎの低減、4 0 G b i t s / i n c h² を超える記録密度が可能となるため、本発明の磁気記録媒体及び磁気記録装置は超高密度記録に極めて有望である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明に従う実施例 1 の磁気ディスクの断面構造を示す模式図である。

【図 2】本発明に係る下地層の表面モフォロジーを示す模式図である。

【図 3】本発明に係る下地層及び制御層の X 線回折プロファイルである。

【図 4】本発明に係る下地層、制御層、及び磁性層の X 線回折プロファイルである。

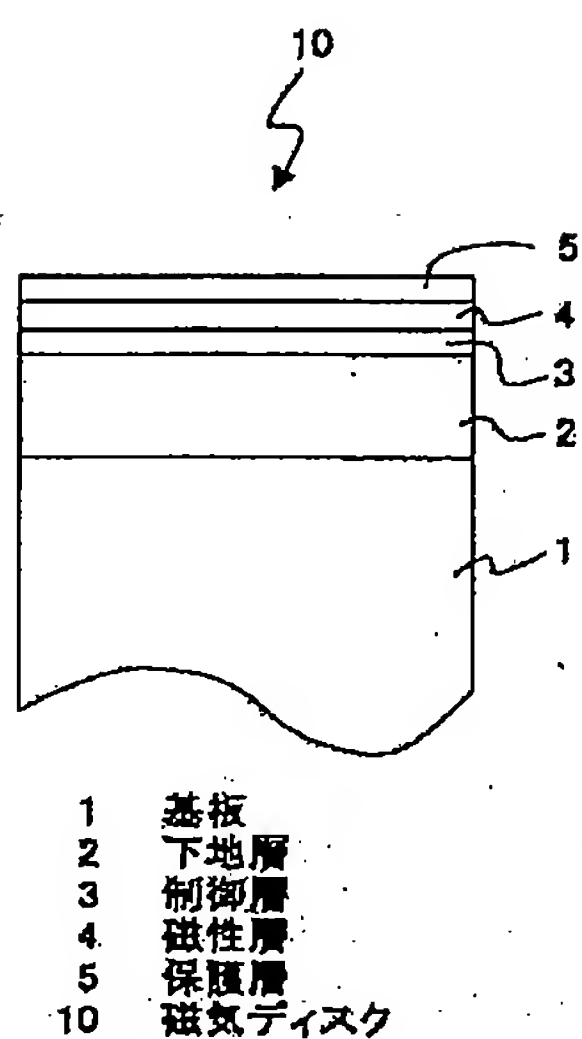
【図 5】本発明に従う磁気記録装置の概略構成図である。

【図 6】図 5 の磁気記録装置の A - A' 方向の断面図である。

【符号の説明】

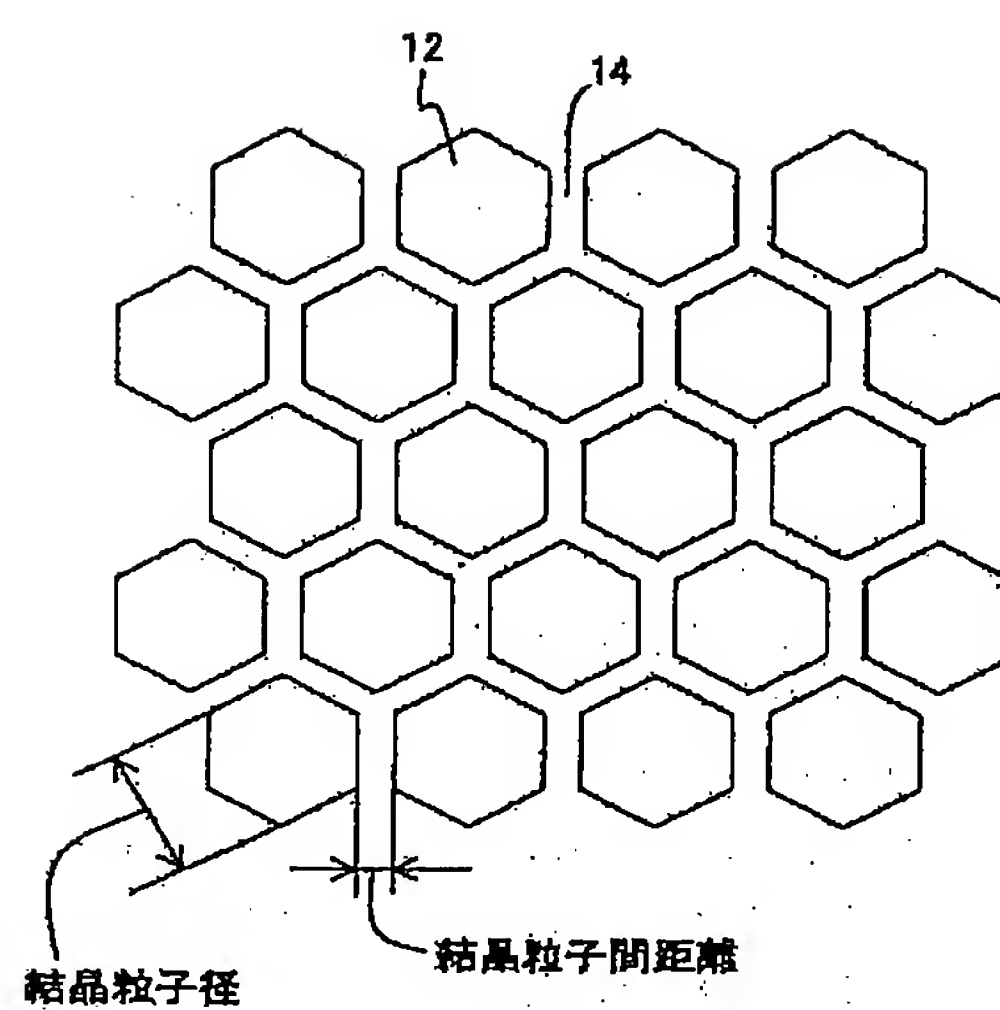
- 1 基板
- 2 下地層
- 3 制御層
- 4 磁性層
- 5 保護層
- 1 0 磁気ディスク
- 1 2 結晶粒子
- 1 4 結晶粒界部
- 5 1 回転駆動系
- 5 2 スピンドル
- 5 3 磁気ヘッド
- 5 4 磁気ヘッド用駆動系
- 6 0 磁気記録装置

【図 1】



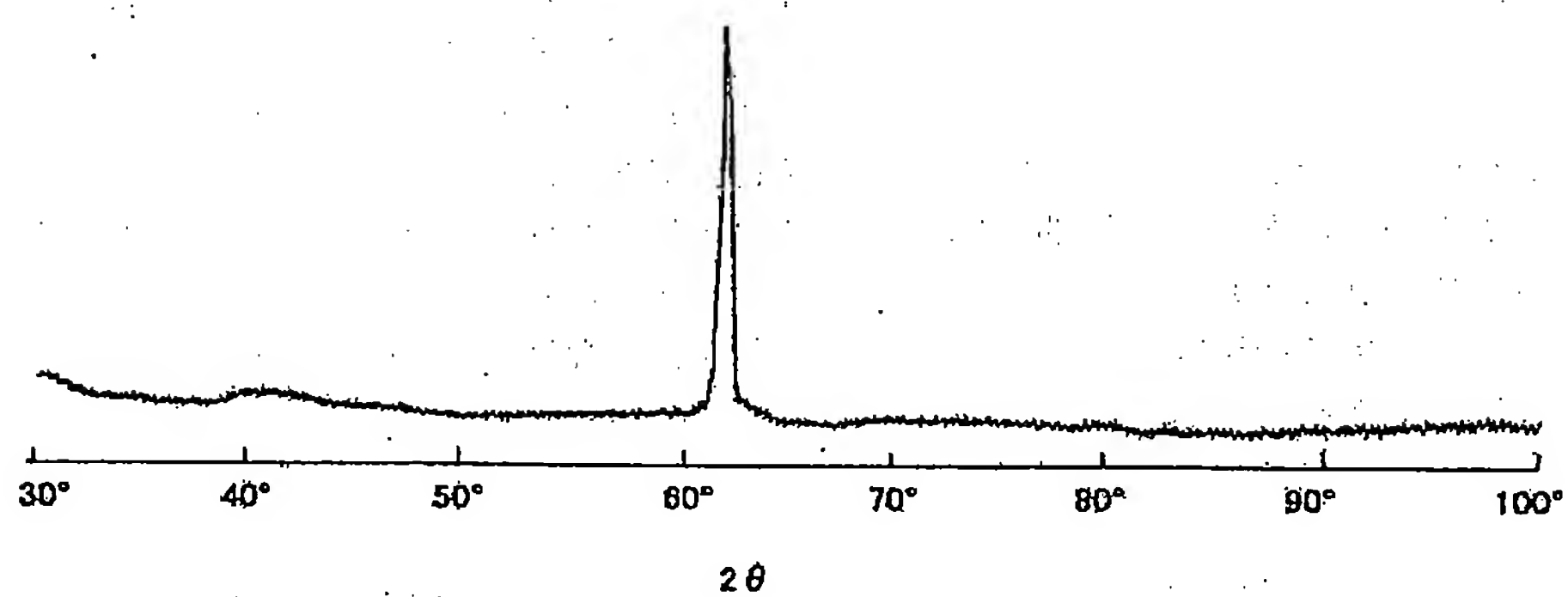
- 1 基板
- 2 下地層
- 3 制御層
- 4 磁性層
- 5 保護層
- 10 磁気ディスク

【図 2】

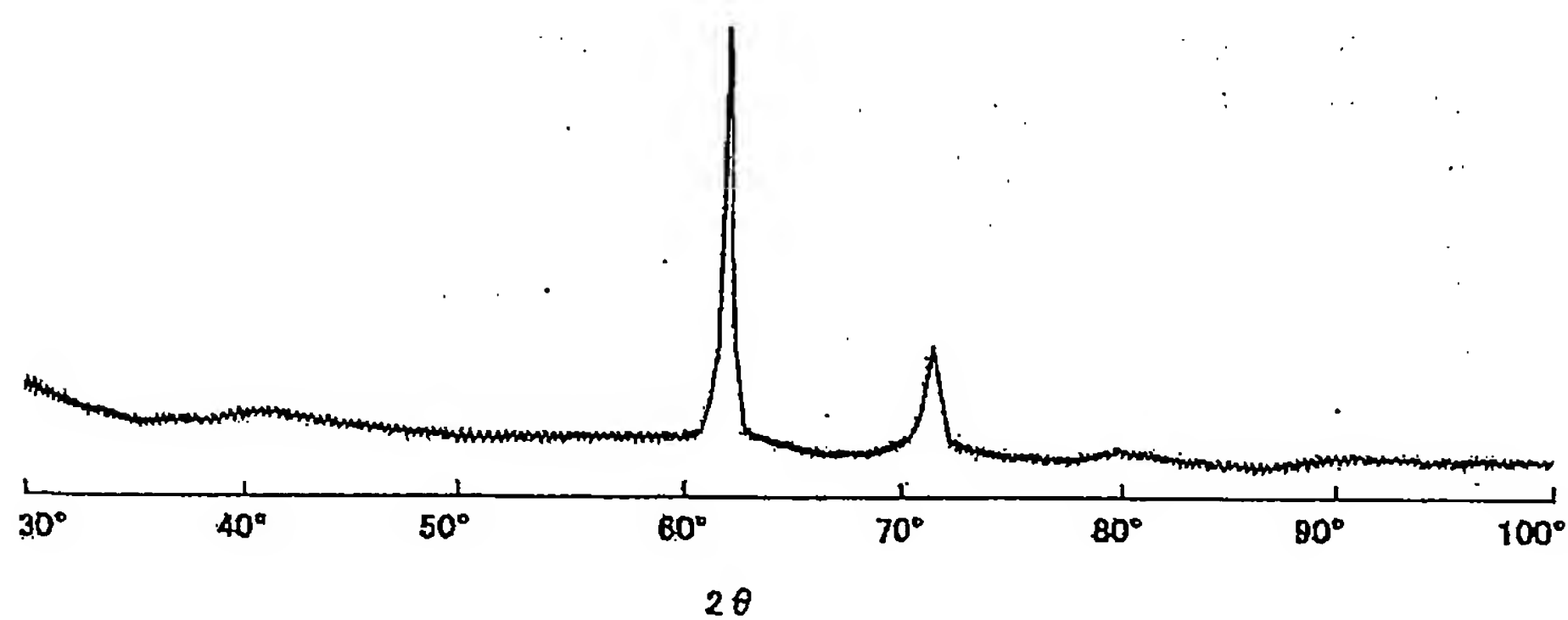


- 12 結晶粒子
- 14 結晶粒界部

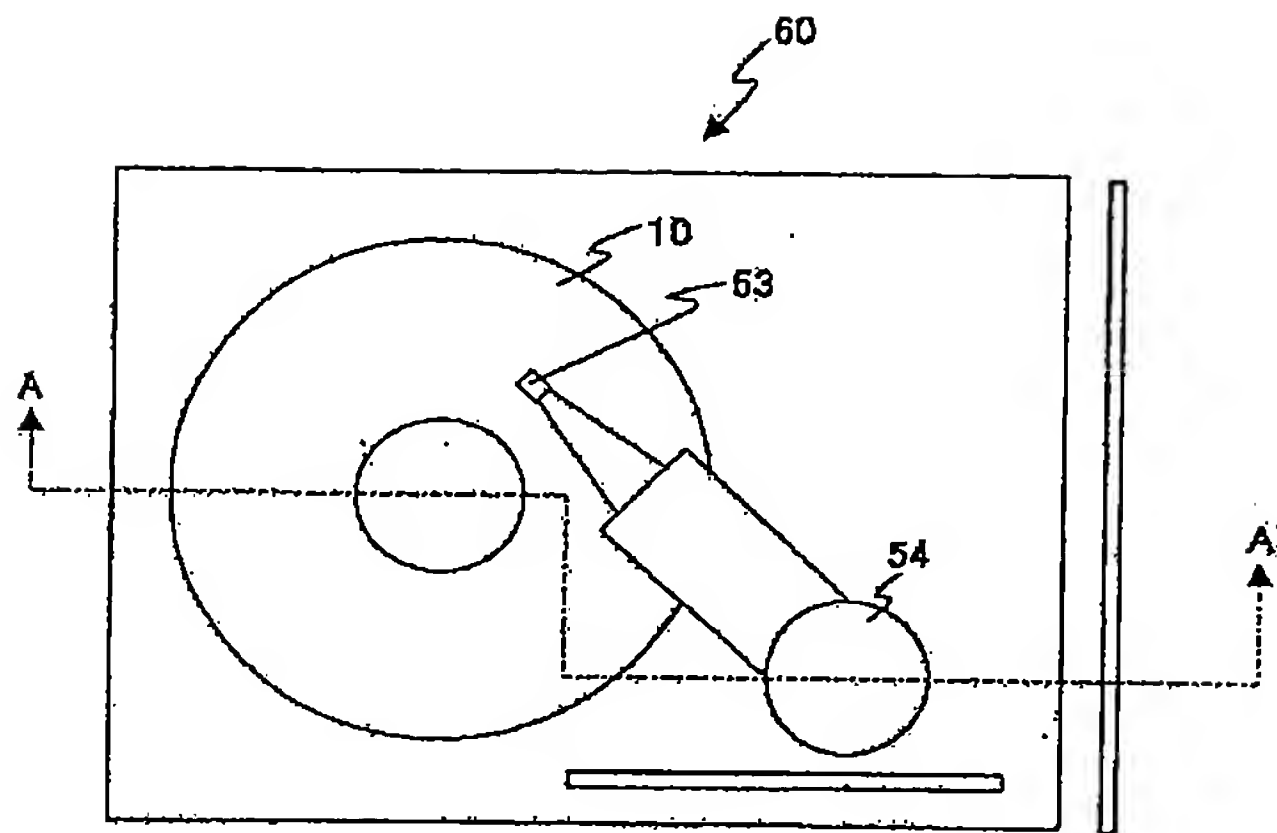
【図 3】



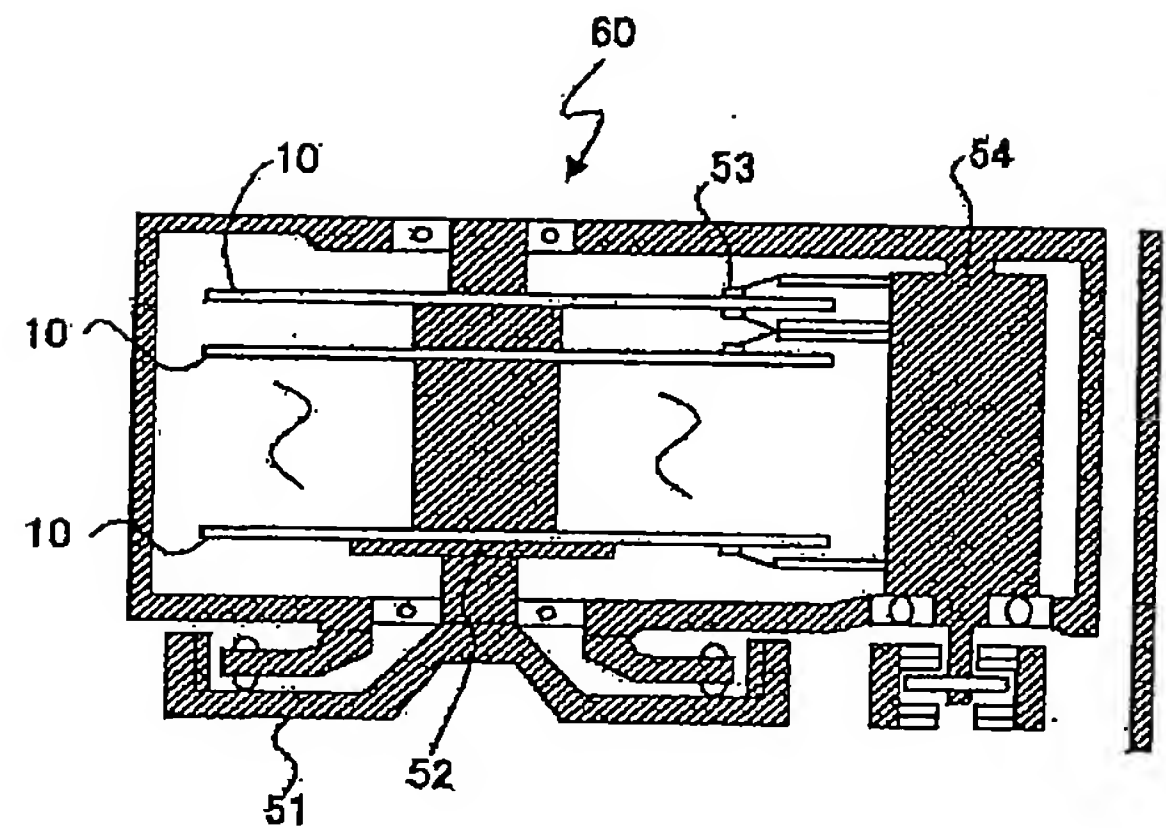
【図 4】



【図 5】



【図 6】



- 10 磁気ディスク
- 51 回転駆動系
- 52 スピンドル
- 53 磁気ヘッド
- 54 磁気ヘッド用駆動系
- 60 磁気記録装置

フロントページの続き

(72) 発明者 竹内 輝明
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 曾谷 朋子
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 水村 哲夫
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 若林 康一郎
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 坂本 晴美
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

(72) 発明者 小沼 剛
大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番 88 号 日立マ
クセル株式会社内

F ターム (参考) 5D006 BB02 CA03 CA05 CA06 EA03
FA04 FA09

